### 19 BUNDESREPUBLIK **DEUTSCHLAND**

**DEUTSCHES** 

## Offenlegungsschrift

32 32 888 ① DE

(21) Aktenzeichen: Anmeldetag:

P 32 32 888.5 4. 9.82

43) Offenlegungstag:

8. 3.84

(51) Int. Cl. 3:

C 03 B 37/075

C 03 B 37/025 C 03 C 13/00 C 03 C 17/02 G 02 B 5/14

(7) Anmelder:

Licentia Patent-Verwaltungs-GmbH, 6000 Frankfurt,

2 Erfinder:

Huber, Hans Peter, Dipl.-Phys., 7910 Neu-Ulm, DE; Krumpholz, Oskar, Dr.-Ing., 7900 Ulm, DE

(54) Verfahren zur Herstellung eines Lichtwellenleiters

Bei der Vorformherstellung, insbesondere nach einem MCVD-Verfahren für Lichtwelienleiter, wird auf die entsprechende Schichtenfolge eine als Schutzschicht wirkende Kernschicht aufgebracht, die insbesondere einen störenden Brechzahleinbruch ("Dip") bei dem fertigen Lichtwellenleiter vermei-(3232888)

Licentia Patent-Verwaltungs-GmbH Theodor-Stern-Kai 1 D-6000 Frankfurt 70 PTL-UL/Ja/lh UL 82/119

#### Patentansprüche

- 1. Verfahren zur Herstellung eines Lichtwellenleiters aus einem Glas- oder Quarzglasrohr, auf dessen Innenfläche eine glasige und/oder glasbildende Schichtenfolge angebracht wird, dadurch gekennzeichnet, daß auf die Schichtenfolge (2) mindestens eine Schutzschicht (3) aufgebracht wird, die bei einem nachfolgenden Kollabier- und/oder Ziehvorgang ein Abdampfen eines Bestandteiles vermeidet, der in der Schichtenfolge (2) enthalten ist.
- 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als Schutzschicht (3) ein einen Dotierstoff enthaltendes Quarzglas verwendet wird, das als innerste Kernschicht des Lichtwellenleiters geeignet ist, und daß der Dotierstoff und/oder der Kollabier- und/oder Ziehvorgang derart ge-
- 15 wählt werden, daß ein Abdampfen des Dotierstoffes vermieden wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Dotierstoff derart gewählt wird, daß ein Brechzahleinbruch in der Kernmitte des Lichtwellenleiters vermieden wird.

05

- 4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Schutzschicht (3) Siliziumnitrid (Si $_3^{\rm N}{_4}$ ) enthält.
- 10 5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Schutzschicht (3) Silizium enthält, das durch einen nachfolgenden Vorgang zumindest teilweise in Siliziumnitrid (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) umgewandelt wird.
- 15 6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Schutzschicht ein Titanund/oder Aluminiumoxid enthält.
- 7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
  20 dadurch gekennzeichnet, daß als Schutzschicht (3) zunächst ein Aluminium und/oder Titan enthaltender Metallfilm aufgebracht wird, der durch anschließendes Oxidieren in einen Aluminium- und/oder Titanoxidfilm umgewandelt wird.
- 8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß als Schutzschicht (3) ein Material verwendet wird, das nach dem Ziehvorgang einen Brechungsindex besitzt, der sich vorzugsweise nicht wesentlich von demjenigen des benachbarten Kernglases unterscheidet, und daß die Schutzschicht (3) nach dem Ziehvorgang einen Durchmesser besitzt, der kleiner ist als die halbe Wellenlänge des in dem Lichtwellenleiter zu übertragenden Lichts.

1/3

1. 16.

UL 82/119

9. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß beim Aufbringen der Schutzschicht (3) ein Schutzgas verwendet wird, das die Bildung von OH-Ionen vermeidet.

05

- 10. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Schutzschicht (3) durch einen pyrolytischen Prozeß erzeugt wird.
- 10 11. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Schutzschicht (3) durch einen Hochfrequenz-Plasma-Prozeß erzeugt wird.
  - 12. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, 15 dadurch gekennzeichnet, daß die Schutzschicht (3) vor und/oder während des Kollabiervorganges aufgebracht wird.
- 13. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Schutzschicht (3) vor
  20 und/oder während des Ziehvorganges des Lichwellenleiters aus dem Vorformrohr aufgebracht wird.

25

30

Licentia Patent-Verwaltungs-GmbH Theodor-Stern-Kai 1 D-6000 Frankfurt 70 PTL-UL/Ja/lh UL 82/119

#### Beschreibung

05

### "Verfahren zur Herstellung eines Lichtwellenleiters"

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines Lichtwellenleiters nach dem Oberbegriff des Patentanspruchs 1.

Ein derartiges Verfahren wird auch als MCVD (modified chemical vapor deposition)-Verfahren bezeichnet. Mit einem derartigen Verfahren hergestellte Vorformen werden kollabiert und zu einem Lichtwellenleiter ausgezogen, der im wesentlichen aus einem lichtleitenden stabförmigem Kern und einen diesen umgebenden Mantel besteht. Dabei ist die Längsachse des Lichtwellenleiters im wesentlichen gleich dessen optische Achse. Insbesondere bei Lichtwellenleitern für die optische Nachrichtenübertragung ist es zur Erzielung einer hohen Bandbreite erforderlich, daß das

entlang eines Durchmessers gemessene Brechzahlprofil einen bestimmten Verlauf hat, z.B. eine Parabelform im Kernbereich. Abweichungen davon, beispielsweise ein Brechzahleinbruch ("Dip") im Bereich der Längsachse, sind uner-05 wünscht. Ein derartiger Brechzahleinbruch entsteht dadurch, daß während des Kollabier- und/oder Ziehvorgangs des Lichtwellenleiters aus der innersten Schicht der aufgebrachten Schichtenfolge glasbildende Bestandteile, z.B. Germaniumoxid, abdampfen. Dadurch wird die Brechzahl 10 der innersten Schicht erniedrigt. Ein derartiger Brechzahleinbruch ist dadurch vermeidbar, daß während des Kollabier- und/oder Ziehvorganges innerhalb der Vorform ein bestimmter Partialdruck aufrecht erhalten wird, z.B. durch ein entsprechend zusammengesetztes Gasgemisch. Ein derartiges Verfahren ist in nachteiliger Weise nur schwer 15 kontrollierbar. Bei einem zu hohen Partialdruck entsteht im Bereich der Längsachse eine unerwünschte Brechzahlerhöhung, die ebenfalls eine unwirtschaftliche Nachrichtenübertragung bewirkt.

20

25

Aufgabe der Erfindung ist es daher, ein kostengünstiges und zuverlässiges Verfahren zur Herstellung von Lichtwellenleitern anzugeben, die insbesondere zur optischen Nachrichtenübertragung mit einer hohen Datenrate geeignet sind.

Diese Aufgabe wird gelöst durch die im kennzeichnenden Teil des Patentanspruchs 1 angegebenen Merkmale.

30 Ausgestaltungen der Erfindung sind den Unteransprüchen entnehmbar.

Die Erfindung wird im folgenden anhand eines Ausführungsbeispiels unter Bezugnahme auf eine schematische Zeichnung näher erläutert.

Die Figur zeigt einen Längsschnitt durch eine Vorform vor dem Kollabier- und/oder Ziehvorgang. Auf die Innenfläche eines Trägerrohres 1 aus Quarzglas wird zunächst eine Schichtenfolge 2 aus unterschiedlich dotiertem Quarzglas aufgebracht, z.B. nach dem MCVD-Verfahren. Durch diese Schichtenfolge 2 wird der innere Mantel, der Kern und dessen Brechzahlprofil, z.B. dasjenige einer Gradientenlichtleitfaser erzeugt. Auf die Schichtenfolge 2 wird nun erfindungsgemäß als innerste Schicht mindestens eine Schutzschicht 3 aufgebracht, z.B. mit Hilfe des MCVD-Verfahren eine mit einem schwerflüchtigen Dotierstoff durch-15 setzte Quarzglasschicht. Dabei wird der Dotierstoff, z.B. Siliziumnitrid ( $Si_3N_4$ ) und/oder Aluminiumoxid und/oder ein Titanoxid, derart gewählt, daß einerseits eine Anpassung der Brechzahl und der Dicke der Schutzschicht 3 an die 3 Schichtenfolge 2 möglich wird und andererseits ein Ab-20 dampfen von Bestandteilen, z.B. Germaniumoxid, aus der Schichtenfolge vermieden wird. Das Abdampfen ist ansonsten möglich beim Kollabier- und/oder Ziehvorgang, der bei ungefähr 2000°C stattfindet. Die Schutzschicht 3 erzeugt in diesem Ausführungsbeispiel die innerste Kernschicht 25 (Umgebung der Längsachse) des Lichtwellenleiters.

Entsprechend dem gewünschten Brechzahlprofil ist es weiterhin möglich, eine Schutzschicht aus reinem Dotierstoff, 30 z.B. eine äußerst dünne Schicht aus Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, aufzubringen.

Überraschenderweise ist es sogar möglich, eine Schutzschicht zu wählen, deren Brechzahl sich wesentlich von derjenigen der benachbarten Schicht unterscheidet. In diesem Ausführungsbeispiel ist es zweckmäßig, die Dicke der Schutzschicht derart zu wählen, daß bei dem fertigen Lichtwellenleiter die innerste Kernschicht einen Durchmesser besitzt, der kleiner ist als die halbe Wellenlänge des zu übertragenden Lichts. Es entsteht beispielsweise ein Brechzahleinbruch, der jedoch lediglich vernachlässigbare optische Einflüsse bewirkt.

10 Weiterhin ist es möglich, Dicke und/oder chemische Zusammensetzung der Schutzschicht derart zu wählen, daß diese während des Kollabier- und/oder Ziehvorganges im wesentlichen vollständig abdampft, während jedoch die Bestandteile der zu schützenden Schichtenfolge im wesentlichen erhalten bleiben.

Die Erfindung ist nicht auf die beschriebenen Ausführungsbeispiele beschränkt, sondern sinngemäß auf andere Verfahren zur Herstellung von Lichtwellenleitern anwendbar, 20 z.B. auf ein sogenanntes Außen-MCVD-Verfahren, bei dem auf die Außenfläche eines Trägerrohres oder -stabes eine entsprechende Schichtenfolge aufgetragen wird.

25

30

NACHGEREICHT

Nummer:

Int. Cl.3:

Anmeldetag:

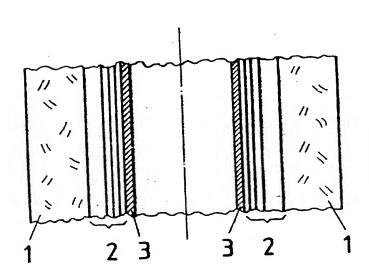
Offenlegungstag:

32 32 888

C 03 B 37/075

4. September 1982

8. März 1984



JEST AVAILABLE COPY

UL 82/119

German Patent No. 32 32 888 A1 (Offenlegungsschrift)

### THIS PAGE BLANK (USPTO)

Code: 1035-74144

# FEDERAL REPUBLIC OF GERMANY GERMAN PATENT OFFICE PATENT NO: 32 32 888 A1

(Offenlegungsschrift)

Int. Cl.<sup>3</sup>: C 03 B 37/075

C 03 B 37/025 C 03 C 13/00 C 03 C 17/02 G 02 B 5/14

Filing No: P 32 32 888.5

Filing Date: September 4, 1982

Laid-Open to Public Inspection: March 8, 1984

#### METHOD FOR THE PRODUCTION OF AN OPTICAL FIBER

Applicant: Licentia Patent-Verwaltungs-GmbH

6000 Frankfurt (Germany)

Inventors: Hans Peter Huber

7910 Neu-Ulm

Oskar Krumpholz 7900 Ulm (Germany)

In preform production, especially according to an MCVD method for optical fibers, a core layer, which acts as a protective layer, is applied to the corresponding series of layers; specifically said core layer prevents a disturbing refractive index "dip" in the finished optical fiber.

#### Claims

1. Method for the production of an optical fiber made of a glass or quartz glass tube, on whose inside surface a glassy and/or glass-forming series of layers is placed, characterized in that at least one protective layer (3) is applied to the series of layers (2); said protective layer prevents

### THIS PAGE BI ANK (USPTO)

the evaporation of a component that is contained in the series of layers (2) in a subsequent collapsing and/or drawing process.

- 2. Method according to Claim 1, characterized in that as a protective layer (3), a doping substance containing quartz glass is used, which is suitable as the innermost core layer of the optical fiber, and that the doping substance and/or the collapsing and/or drawing method are selected in such a way that an evaporation of the doping substance is prevented.
- 3. Method according to Claim 1 or 2, characterized in that the doping agent is selected in such a way that a dip in the refractive in the middle of the core of the optical fiber is prevented.
- 4. Method according to one of the preceding claims, characterized in that the protective layer (3) contains silicon nitride (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>).
- 5. Method according to one of the preceding claims, characterized in that the protective layer (3) contains silicon, which is converted, at least partially, into silicon nitride ( $Si_3N_4$ ) in a subsequent process.
- 6. Method according to one of the preceding claims, characterized in that the protective layer contains titanium and/or aluminum oxide.
- 7. Method according to one of the preceding claims, characterized in that as a protective layer (3), a metal film, containing aluminum and/or titanium, is first applied, which is converted into an aluminum and/or titanium oxide film is a subsequent oxidation process.
- 8. Method according to one of the preceding claims, characterized in that as a protective layer (3), a material is used, which after the drawing process, has a refractive index, which, preferably, does not differ substantially from that of the adjacent core glass, and that after the drawing process, the protective layer (3) has a diameter, which is smaller than half the wavelength of the light to be transmitted by the optical fiber.
- 9. Method according to one of the preceding claims, characterized in that upon application of the protective layer (3), a protective gas is used that prevents the formation of OH ions.
- 10. Method according to one of the preceding claims, characterized in that the protective layer (3) is produced by a pyrolytic process.
- 11. Method according to one of the preceding claims, characterized in that the protective layer (3) is produced by a high-frequency plasma process.
- 12. Method according to one of the preceding claims, characterized in that the protective layer (3) is applied before and/or during the collapsing process.
- 13. Method according to one of the preceding claims, characterized in that the protective layer (3) is applied before and/or during the drawing process of the optical fiber from the preform tube.

## THIS PAGE BI ANK (USPTO)

#### Description

"Method for the production of an optical fiber"

The invention concerns a method for the production of an optical fiber according to the preamble of Claim 1.

Such a method is designated also as an MCVD (modified chemical vapor deposition) method. Preforms produced with such a method are collapsed and drawn to form an optical fiber, which essentially consists of a light-conducting, rod-shaped core and a surrounding cladding. The longitudinal axis of the optical fiber is essentially coincident with its optical axis. In particular, with optical fibers for the optical transmission of information, it is necessary for the refractive index profile, measured along the diameter to have a certain profile, for example, parabolic in the core area in order to attain a high bandwidth. Deviations from this, for example, a refractive index "dip" in the area of the longitudinal axis, are undesirable. Such a dip in the refractive is formed in that during the collapsing and/or drawing process of the optical fiber from the innermost layer of the applied series of layers, glass-forming components, for example, germanium oxide, evaporate. In this way, the refractive index of the innermost layer is reduced. Such a dip in the refractive is avoidable in that during the collapsing and/or drawing process, a certain partial pressure is maintained within the preform, for example, by a gas mixture with a corresponding composition. Such a method can be controlled only with difficulty and disadvantageously. With an excessively high partial pressure, an undesired refractive index increase, which also produces an uneconomical transmission of information, is formed in the area of the longitudinal axis.

The goal of the invention is, therefore, to indicate a low-cost and reliable method for the production of optical fibers which are particularly suitable for the optical transmission of information at a high data rate.

This goal is attained by the features indicated in the characterizing portion of Claim 1. Refinements of the invention can be deduced from the subordinate claims.

The invention will be explained in more detail below with the aid of an embodiment example and reference to a schematic drawing.

The figure shows a longitudinal section through a preform before the collapsing and/or drawing process. A series of layers 2 made of variously doped quartz glass is applied, for example, according to the MCVD method, to the inside surface of a carrier tube 1 made of quartz glass. The inside cladding, the core and its refractive index profile--for example, that of a graded optical fiber--are produced by this series of layers 2. In accordance with the invention, at least one protective layer 3 is applied to the series of layers 2 as the innermost layer, for example, with the aid of the MCVD method, a quartz glass layer, interspersed with a hard-to-volatilize doping agent. The doping agent, for example, silicon nitride (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) and/or aluminum oxide and/or a

# THIS PAGE BI ANK (USPTO)

titanium oxide is selected in such a way that on the one hand, an adaptation of the refractive index and the thickness of the protective layer 3 to the series of layers 2 is possible and, on the other and, an evaporation of components, for example, germanium oxide, from the series of layers is prevented. The evaporation is otherwise possible in the collapsing and/or drawing process, which takes place at approximately 2000°. The protective layer 3 produces the innermost core layer (surrounding the longitudinal axis) of the optical fiber in this embodiment example.

In accordance with the desired refractive index profile, it is also possible to apply a protective layer made of pure doping agent, for example, an extremely thin layer of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>.

Surprisingly, it is even possible to select a protective layer, whose refractive index differs substantially from that of the adjacent layer. In this embodiment example, it is appropriate to select the thickness of the protective layer in such a way that in the finished optical fiber, the innermost core layer has a diameter which is smaller than half the wavelength of the light to be transmitted. A dip in the refractive arises, for example, which produces merely negligible optical influences, however.

Furthermore, it is possible to select the thickness and/or chemical composition of the protective layer in such a way that it essentially completely evaporates the layer during the collapsing and/or drawing process, whereas, however, the components of the series of layers to be protected are essentially retained.

The invention is not limited to the embodiment examples described, but can be applied analogously to other methods for the production of optical fibers, for example, to a so-called external MCVD method, in which a corresponding series of layers is applied to the external surface of a carrier tube or rod.

[stamp:] Subsequently submitted

### THIS PAGE BLANK (USPTO)